This Page Is Inserted by IFW Operations and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representation of The original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents will not correct images, please do not report the images to the Image Problem Mailbox.

	÷.
	÷
	ĕ
•	
*2	
	14
•	



10/018360

REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL

BR00/00065

MINISTÉRIO DO DESENVOLVIMENTO, INDÚSTRIA E COMÉRCIO EXTERIOR

INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL

CÓPIA OFICIAL

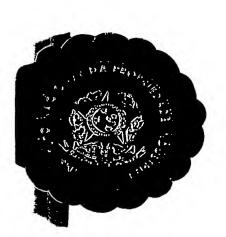
PARA EFEITO DE REIVINDICAÇÃO DE PRIORIDADE

O documento anexo é a cópia fiel de um Pedido de Patente de Invenção Regularmente depositado no Instituto Nacional da Propriedade Industrial, sob o número PI 9902607-4 de 23/06/1999.

Rio de Janeiro, em 14 Julho de 2000.

Glória Regina Costa Chefe do NUCAD

PRIORITY
DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)





Protocolo

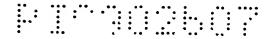
Número (21)

	(Uso exclusivo do INPI)
DEPÓSITO	
Pedido de Patente ou∝de	depósito / /
Certificado de Adição	Espaço reservado para etiqueta (número e data de depósito)
Ao Instituto Nacional da Proj O requerente solicita a concessa	
1. Depositante (71): 1.1 Nome: DALTRO GARG	
MATERIAIS	RA, DOUTOR EM FISICA DE 1.3 CGC/CPF: 156.114.348/00
LORENA, SAO PAULO	RUA OSWALDO ARANHA 1194 - CASA 1, VILA ZELIA) - BR- BRAZIL
1.5 Telefone: () FAX: ()	(X) continua em folha anexa
·	. Certificado de Adição 2.2 Modelo de Utilidade enso, a Natureza Invenção
3. Título da Invenção, do "APARELHO E PROCE	Modelo de Utilidade ou do Certificado de Adição (54): ESSO DE PRÉ-HIDRÓLISE DE BIOMASSA" () continua em folha anexa
4. Pedido de Divisão do p	edido n°, de/
5. Prioridade Interna - O	depositante reivindica a seguinte prioridade:
N° de depósito _	Data de Depósito/(66)
6. Prioridade - o deposita	nte-reivindica a(s) seguinte(s) prioridade(s):
País ou organização de origem N	Júmero do depósito Data do depósito
	() continua em folha anexa

7.	Inventor (72):					-		
() Assinale aqui se o	(s) mesmo(s	s) requer	(em) a r	não divulgaç	ão de	seu(s) nom	ie(s)
_	(art. 6° § 4° da LPI	e item 1.1 do A	to Normat	ivo nº 127/	97)			
7.1	Nome: DALTRO GAR		I					
7.0	CPF: 156.114.348-0	-						
7.2	Qualificação: BRASILI							
7.3	Endereço: RUA OS SÃO PAULO, BR	SWALDO AF	RANHA 1	194, CAS	SA 1 - VEILA	ZELIA	, LORENA,	
7.4	CEP:	7.5	Telefon	e()				
	D 1					continua	em folha anc	xa
8.	Declaração na forma o	lo item 3.2 d	lo Ato No	ormativo	n° 127/97:			
9.	Doelawata da di d			·		(em anexo	
9.	Declaração de divulgado	ção anterior	não prej	udicial (Período de g	угаçа):		
	(art. 12 da LPI e item 2	do Ato Norr	nativo nº	127/97):				
						(em anexo	
10.	Procurador (74):							
10.1	Nome e CPF/CGC:	ANNEMANI	N, SIEMS	EN, BIGI	ER & IPAN	EMA M	OREIRA	
		3 163 049/0						
10.2		RUA MARQU		LINDA, 7	70			
10.3	CEP: 22251-040	NO DE JANE						
10.5	CEF. 22251-040 V	10.4	leletone	e: (021)	553 1811			
11.	Documentos anexados	(assinale e in	dique tan	nhém o m	ímero de fol	has).	-	
(Deve	rá ser indicado o nº total o	de somente u	ıma das vi	as de cad	la documento	1143). D)		
	Guia de recolhimento		01 fls		Relatório des		33 fls.	
1 1	Procuração				Reivindicaçõe	$\overline{}$		
	Documentos de prioridad					25 \		
1 1			fls	\ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \	Desenhos		96 fls.	
1 1	Doc. de contrato de Tral	Daino	fls	X 11.8 R	Resumo		O\ fls.	
	Outros (especificar):						fls.	
X 11.	10 Total de folhas anexad	as:				l	45 Ns;	
12.	Declaro, sob penas da	Lei, que tod	as as info	rmações	aqima pres	tadas s	ão complet:	ลร
e verd	adeiras					1	_ \	1
					1 1	4		
Rio de	Janeiro 23 de junho	de 1000			+	W	. 1	
de	Local e Data	ue 1999.			Lewis (m	
	Local E Dala	_	Dannor		Assinatura e			:
P-099	193-SDA		Darmem	aııı, जस्य २२ 1	msen, Big 63 049/000	:	nema Mor	ıra
				၁၁	os oustado	(1714		



•	D
1.	Depositante (71):
1.1	Nome: ALVARO GUEDES SOARES
	CPF: 101.596.528/80
1.2	Qualificação: BRASILEIRA, FISICO 1.3 CGC/CPF:
1.4	Endereço completo: RUA MADRE AMANDA DE CASTRO - JUNQUEIRA, 117.
	MIRANTE - MOGI MIRIM, SAO PAULO - BR - BRASIL
1.5	Telefone: ()
	FAX: () continua em folha anexa
7.	Inventor (72):
() Assinale aqui se o(s) mesmo(s) requer(em) a não divulgação de seu(s) nome(s)
	(art. 6° § 4° da LPI e item 1.1 do Ato Normativo nº 127/97)
7.1	Nome: ALVARO GUEDES SOARES
	CPF: 101.596.528-80
7.2	Qualificação: BRASILEIRA, FISICO
7.3	Endereço: RUA MADRE DE CASTRO JUNQUEIRA, 117 - MIRANTE, MOGI
	MIRIM, SP, BR
7.4	CEP: 7.5 Telefone ()
	() continua cm folha anexa



Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "APARELHO E PROCESSO DE PRÉ-HIDRÓLISE DE BIOMASSA".

Campo da invenção

5

10

15

25

A presente invenção refere-se a um aparelho, particularmente um reator, e processo para pré-hidrólise de qualquer tipo de biomassa (madeira, bagaço, palhas, capins, resíduos vegetais, parte orgânica do lixo, etc.) para a obtenção de produtos comerciais, tais como celulignina e soluções de açúcares, chamadas de pré-hidrolisados, contendo xilose, glucose, mamose, galactose, arabinose, acetílicos, ácidos urânicos, etc. A presente invenção permite ainda a fabricação de reatores para digestão mineral, tais como ilmenita, anatásio, columbita, pirocloro, zirconita, etc.

Descrição da técnica anterior

Reatores químicos são dispositivos determinantes dos mais variados processos de transformação de materiais, tais como químicos, metalúrgicos, térmicos, biotecnológicos, farmacêuticos, etc. Os reatores são classificados por três critérios:

- a) Classificação segundo vasos e fluxos: 1º) reator batelada, 2º) reator semi-contínuo, 3º) reator tanque com misturador contínuo - RTMC, 4°) RTMC em série, 5°) reator tubular e 6°) reator com reciclagem.
- 20 b) Classificação segundo as fases existentes: 1º) reatores para fases gasosas; 2°) reatores para fases líquidas; 3°) reatores para fases líquidas e gasosas; 4º) reatores com catalisadores sólidos; 5º) reatores nãocatalíticos envolvendo sólidos (gás-sólido, líquido-sólido e reações de fase sólidas); 6°) reatores para processos eletroquímicos; 7°) reatores para processos biológicos; 8º) reatores para processos fotoquímicos e radioquímicos. Abaixo são listados os reatores não-catalíticos gás-sólido e líquidosólido com os quais, a título de exemplo, devem ser comparados o reator objeto da presente invenção.
- b.1) Reator gás-sólido não-catalítico: retorta (reator tipo torre), reator de berço móvel, reator de berços múltiplos, reator tipo forno rotativo, 30 reator de leito fluido, reator com fluxo recirculante, calcinador de poeira (spray de poeira).



b.2) Reatores líquidos-sólidos não-catalíticos: tanque com misturador (batelada, semi-contínuo, cascata – percentual de sólido limitada pela potência do misturador), tanque com recirculação de líquidos, tambor rotativo, leito fluido, reator amassador, reator tipo prensa de imersão, parafuso transportador, reator de múltiplo berço, reator tipo forno rotativo.

c) Classificação segundo o estado de movimento dos sólidos dado pela Tabela 1. O reator da presente invenção tende para as características de leito fluido embora seja de leito móvel com os seguintes valores: dispositivo de reação (tanque), movimento dos sólidos (gravitacional), fluxo gás/líquido-sólido (contra corrente), diâmetro das partículas (mm a cm), tempo de retenção dos sólidos (minutos), tempo de retenção do gás (segundos), taxa de transferência de calor e massa (alta), controle de temperatura (bom), rendimento em volume e tempo (alto).

Outra característica determinante dos reatores são os materiais utilizados na sua fabricação. A Tabela 2 dános materiais básicos com respectivas vantagens e desvantagens para condições de alta corrosão. Os materiais estruturais e os resistentes à corrosão mesmo quando usados na fabricação de reatores apresentam cada um uma única desvantagem e a presente invenção a elimina através da fabricação do reator com casca e estrutura em aço carbono e revestimento em materiais especiais (metais refratários, superligas, inox e plásticos, etc.).

Especificamente os principais reatores de biomassa são dos seguintes tipos: parafuso (baixo percentual de ocupação do volume), torre (alta relação L/S – líquido-sólido, tanque/percolação (alta relação L/S) e "plug flow" (alta relação L/S). Todos os tipos de reatores possuem complexos sistemas de alimentação e descarga de biomassa. A presente invenção compacta a biomassa no reator (alta taxa de ocupação do volume do reator), processa a biomassa com baixa relação L/S = 2, proporciona alimentação com simples alimentador helicoidal e descarga imediata decorrente do fato de que o reator possui ampla tampa, podendo ser bipartido em reatores de pequeno e médio porte.

Uma desvantagem do reatores da técnica anterior é a de estarem sujeitos a implosão devido a sua construção não permitir a perfeita justaposição entre a casca e o revestimento e haver vácuo no interior do reator. O vácuo no interior do reator é, na maioria das vezes causado devido à
condensação de vapores. A presente invenção evita a implosão através do
vácuo mantido entre o revestimento e a casca, de modo a permitir a justaposição adequada entre eles.

5

10

15

20

25

30

Uma outra desvantagem dos reatores convencionais é a impossibilidade da detecção contínua e acurada de microvazamentos no revestimento do reator. A presente invenção permite a detecção precisa de microvazamentos antes que haja vazamentos de líquidos corrosivos para a casca de aço carbono do reator. Isto permite que o reator seja ainda utilizado, mesmo com microfalhas, através da sua programação adequada para uso.

Os reatores utilizados em aplicações de alta corrosão não utilizam o aço carbono na casca e tendem a serem constituídos de materiais monolíticos de alto custo. A presente invenção, por possibilitar a identificação dos microvazamentos, detecta as condições para a corrosão acelerada do aço carbono microligado, tal detecção facilita o seu uso, o que ocasiona uma redução significante nos custos de fabricação do reator.

Os reatores da técnica anterior são construídos com materiais de grande espessura de modo a obter-se uma garantia maior à corrosão. Portanto, algumas vezes a espessura do metal na construção dos reatores tem uma relação direta com a segurança e a utilização de placas de grande espessura impossibilita seu transporte para áreas onde existe matéria-prima para uso. O reator da presente invenção proporciona um perfeito controle de detecção de falhas e possibilita que sejam utilizados materiais mais leves, diminuindo assim o peso total do reator e conseqüentemente facilitando o seu transporte.

A patente norte-americana US 5.338.366 trata de um método e aparelho para pré-hidrólise de biomassa que, dentre outras características diferentes das da presente invenção, possui um grande peso e por isso fica posicionado de modo estacionário exigindo que o transporte de biomassa

bruta seja realizado até ele. Além disso, a pré-hidrólise de biomassa é feita em vários equipamentos aumentando-se o consumo de energia para sua execução e onerando o processo de produção. A presente invenção além de resolver todos esses inconvenientes, facilita a alta concentração de açúcar no pré-hidrolisado reduzindo os custos dos processos seguintes e possibilita o uso de água deionizada devido à baixa relação Líquido/Sólido para produção de combustível celulignina catalítica limpa para uso em turbinas a gás.

A patente norte-americana US 5.411.594 trata da hidrólise de biomassa ligno-celulósica para produção de solução de açúcar única e resíduo de lignina. A hidrólise total é realizada em dois estágios (hemicelulose e celulose) em um reator contínuo e possui uma relação L/S de 5 a 10 com um rendimento máximo de 65% e devido à alta relação L/S, há um complexo sistema de recuperação de calor. A presente invenção implementa todo o processamento pois realiza a pré-hidrólise da hemicelulose em um reator do tipo batelada com uma relação L/S= 2 e possui um rendimento de 100% (máxima utilização da matéria-prima) onde 80% na recuperação da celulignina e 20% no pré-hidrolisado. A sua recuperação de calor se dá unicamente na descarga do pré-hidrolisado, pré-aquecendo a solução ácida e água da caldeira.

Tabela 1 – Classificação segundo o estado de movimento dos sólidos

Tipo de reator	Leito fixo		Leito fluido		Transporte
					Solido
	Fluxo Superior	Permeavel	Leito Fluido	Leito Fluido Expandido [新物	caas
		←		8	
Dispositivos de reação Berço múltiplo	Berço múltiplo	Fornalha vertical	Torrador fluido	Leito fluido cir- Secagem flash	Secagem flash
típicos	Forno rotatório	Grelha móvel	Torrador leito fluido	culante	Pré-aquecedor
	Correia de seca-	Correia de seca- Queima em gre- Multi-estágio	Multi-estágio		Ciclone de fusão
	шеб	lha	Leito fluido		Queimador
		Fornalhas	Fornalha		
Movimento dos sólidos Mecânico	Mecânico	Gravitacional	Gravitacional		Gravitacional

Tipo de reator	Leito fixo	Leito fluido		Transporte
Fluxo gás/sólido	Corrente paralela Contracorrente Corrente cruzada	Fluxo misturado Contracorrente em estágios Corrente cruzada	stágios	Correntes paralelas Fluxo misturado: reciclagem Estágios em contra
Diâmetro de partículas	Pequeno a muito Médio grande (mm/m) grande	a muito Pequeno e médio cm/m) (mm/cm)	Muito pequeno Muito pequeno a pequeno (symbol 109 \f "Symbol" \s 12n" Symbol" \s 12nm/mm)	Muito pequeno Muito pequeno a pequeno (symbol 109 \f (symbol 109 \f "Symbol" \s 12mm) "Symbol" \s
Tempo de retenção dos Horas - dias sólidos	Horas - dias	Horas	Minutos	Segundos e frações
Tempo de retenção do Segundos gás	Segundos	Segundos		Frações de segun- dos

Tabela 1 - continuação

Tipo de reator	Leito fixo		Leito fluido		Transporte
	·				Sólido
Taxa de transferência Muito baixa	Muito baixa	Baixa - média	Alta	Muito alta	Muito alta
de calor e massa		•			
Controle de temperatu- Muito bom	Muito bom	Pobre - médio	Bom	Muito bom	Médio – bom
ſa					
Rendimento em volume Muito baixo	Muito baixo	Médio	Médio	Alto	Muito alto
e tempo	Médio		Alto		



Tabela 2 – materiais básicos utilizados na fabricação dos reatores

MATERIAIS		VANTAGENS	DESVANTAGENS
Materiais			DESVANTAGENS
estruturais	Aço carbono ao Mo (C- 1/2Mo), aços ao Cr-(1 ½	1	· Baixa resistên-
Josephanais		•	cia à corrosão.
		⊶Resistência à abrasão.	
	5 Cr-1Mo), inoxidáveis	1	i
	(405, 410, 304, 316, 321,		
	347, 309, 310, aços re-	• · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	
	sistentes ao calor (HH,		
	HK, HP), monel, latão, bronze, alumínio, etc.	· Dutilidade.	
Metais resis-	<u>_ L</u>		
tentes	níquel, inconel, incoloy,		· Alto custo.
à corrosão			
a corrosao	hastelloy, ligas duplex,		
		Resistência a abrasão	
		Facilidade de fabricação.	
		Resistência mecânica a	
İ	90/10, etc.), metais re-		
1	fratários (Ti, Zr, Nb, Ta,		
j	ligas proprietárias.	· Dutilidade (exceto Fe-Si).	
Termoplás-	Teflon (260°C), poliéster	Deive	
ticos	clorinado (121°C), fluo-		· ∗Baixa resistên-
			cia a abrasão.
		Facilidade de fabricação.	
	vinilidene (93°C), poli-	· Alta resistência à corro-	cia mecânica.
	propileno PP (90°C), po-		
	lietineo PE (93°C), clo-		
	reto de polivinil – PVC	Dutilidade.	
	(71°C), doreto de polivi-		
	nil clorado e PVC refor-		
	çado (99°C)		
Elastômeros	Bassahairat	Baixo custo.	Daine leader
	ebonite (82°C), hypalon		Baixa resistên-
	(93°C), neoprene (93°C),	· Facilidade de fabricação.	cia à abrasão a
	borracha butílica (93°C),		média tempe-
	hycar (121°C), viton	são.	ratura.
	(204°C).	Dutilidade.	Baixa resistên-
		- simulation	cia mecânica.
			Não-reciclável.

Tabela 2 - continuação

MATERIAIS		VANTAGENS	DESVANTAGENS
Plásticos	Fibra de vidro/poliéster	· Disponibilidade.	· Alto custo.
termo-	(93°C), asbesto/epóxi	· Alta resistência à corro-	· Baixa resistên-
curados	(149°C), fibra de vi-	são.	cia a abrasão.
reforçados	dro/epóxi (149°C), as-	· Facilidade de fabricação.	· Não-reciclável.
	besto/fenólica (149°C),	· Alta resistência mecâni-	
	asbesto/furânica (149°C),	ca.	
	fibra de vidro/furânica	· Dutilidade.	
	(93°C), fibra de carbo-		
	no/furânica (93°C).		
Materiais	Cimento ou concreto,	· Baixo custo.	· Baixa resistên-
não metáli-	cimento reforçado, re-	· Disponibilidade.	cia mecânica.
cos especi-	fratários antiácidos, tijo-	· Alta resistência à abra-	· Fragilidade.
ais	los de grafite, grafite im-	são.	· Nāo reciclável.
	permeável, vidros e vitri-	· Facilidade de fabricação.	
	ficação, madeira e re-	· Alta resistência à corro-	
	fratários.	são.	
		· Resistência mecânica à	
		alta temperatura.	•

Sumário da Invenção

5

10

15

A presente invenção refere-se a um aparelho, mais especificamente um reator ou caldeira, construído com uma tecnologia que possibilita seu uso em meios altamente corrosivos. A nova tecnologia consiste na inserção de vácuo entre o seu revestimento externo "casca" e o revestimento interior, de modo a se utilizar de aço carbono microligado como casca e estrutura do reator e materiais especiais, especialmente metais refratários (Ti, Zr, Nb, Ta e suas ligas) para o revestimento interno. O vácuo com o revestimento de material refratário permite até o uso de aço microligado de alta resistência (750 MPa) na fabricação da casca ultraleve do reator tipo "casca de ovo" capacitando oscilação em maiores freqüências com maior homogeneização do produto e menor tempo de reação do mesmo.

O nível de vácuo satisfatório é abaixo de 1mm de Hg (1000 μ m) para que o revestimento de metal refratário não sofra implosão, bem como



seja possível utilizar detector de vazamento de Hélio acoplado entre o reator e a bomba de vácuo para detecção e medição dos vazamentos através das microtrincas de soldagem. Taxas de vazamento de 10⁻⁴ Ncm³/min indicam nível satisfatório e taxas de vazamentos 100-vezes maior (10⁻²-Ncm³/min) indicam a mecessidade de reparos das trincas de soldagem ou daquelas desenvolvidas durante a operação do reator. Uma outra característica da invenção é a possibilidade de manutenção e eventualmente substituição completa do revestimento de metal refratário com recuperação de alto valor agregado da sucata destes metais devido à fabricação justaposta mantida pelo vácuo e não-soldada à casca do reator de aço carbono.

5

10

15

20

25

30

O vácuo entre a casca do reator e o revestimento mantém o revestimento fino de metal especial justaposto à casca de aço, evitando a implosão do reator mesmo quando há-vácuo no seu interior devido à condensação de vapores e outras causas. O uso do vácuo dentre outras vantagens também permite a detecção contínua ou intermitente de microvazamentos no revestimento do reator através de injeção de gás hélio no interior do reator e sua retecção com detectores de vazamentos (Leak Detector) na bomba de vácuo.

Pevido a esta característica a nova invenção recebe o nome de "reator tipo alha segura", através do qual detecta e mede-se o microvazamento em períodos de dias ou meses antes que haja vazamentos de líquidos corrosios para a casca de aço carbono. Esta característica permite continuar o iso do reator mesmo com microfalhas e programar o seu reparo ou substituião após o término da safra ou campanha industrial. Notar o significado deta característica da invenção para viabilizar o uso de aço carbono na casa do reator para aplicações de alta corrosão, sem a qual não se identificaia os vazamentos e conseqüente corrosão acelerada do aço carbono micoligado.

) aparelho da presente invenção por ser mais leve que os da técnica anteor permite a oscilação durante o seu processo de hidrólise que faz com queseja renovada a camada limite do líquido saturado com açúcar na superfíci do cavaco ou particulado de biomassa fazendo assim um pro-

duto homogêneo. A pré-hidrólise juntamente com a oscilação e a purga do vapor proporcionam a característica de combustão catalítica da celulignina.

Objetivos da Invenção

É um objetivo da presente invenção possibilitar o uso de aço carbono em processos realizados em meios altamente corrosivos.

É um objetivo da presente invenção identificar a corrosão do aço carbono utilizado no reator.

É um objetivo da presente invenção evitar a implosão do reator até mesmo quando houver vácuo em seu interior.

É também um objetivo da presente invenção permitir a detecção de vazamentos ou até mesmo microvazamentos em reatores.

É um objetivo da presente invenção possibilitar a programação adequada de períodos de manutenção ou reparos do reator.

É um objetivo da presente invenção diminuir o peso do reator e possibilitar o seu transporte para locais onde existam matérias-primas.

É um objetivo da presente invenção diminuir os custos de fabricação do reator em razão da possibilidade da utilização de materiais mais baratos.

É um objetivo da presente invenção possibilitar o uso de um aço mais resistente como casca/revestimento externo de modo a permitir a oscilação em maiores frequências de modo a melhor homogeneizar o produto e encurtar o seu tempo de reação.

É um objetivo da presente invenção preencher os requisitos da Resolução CONAMA n.º 20 de 18/6/1986 – publicada no D.O.U. de 30/7/86, nas águas de lavagem dando à invenção características totalmente ecológicas

Breve Descrição das Figuras

Figura 1 - Ilustra o fluxograma da pré-hidrólise de biomassa com balanço de massa.

Figura 2a - Mostra uma modalidade do reator em corte e seus detalhes de fabricação.

15

20

25

Figura 2b - É uma vista lateral ilustrando a colocação de uma modalidade de reator em uma carreta de transporte.

Figura 2c - É uma vista superior de uma modalidade do reator com um alimentador.

Figura 2d - É uma vista traseira de uma modalidade do reator na carreta de transporte.

5

10

20

25

Figura 2e - É uma vista frontal de uma modalidade do reator posicionada em pilares no pátio de biomassa com carreta de descarga de celulignina.

Figura 3 - Mostra microfotografias da celulignina (eucalipto préhidrolisado), celulose cristalina e lignina globulizada.

Figura 4 - Gráfico da potência específica média irradiada na combustão de uma partícula de celulignina.

Figura 5 - Gráfico ilustrando a condutividade elétrica do plasma 15 de combustão para gás, óleo pesado, carvão, alcatrão e celulignina.

Descrição Detalhada das Figuras e da Características da Invenção

O fluxograma de processamento de biomassa é observado na figura 1, onde o "reator tipo falha segura", objeto da presente invenção, é o equipamento principal. No processamento de minérios as etapas são similares, havendo apenas apropriação dos equipamentos periféricos e do balanço de massa para cada tipo de minério. O fluxograma é composto das seguintes etapas:

- 1) plataforma de alimentação onde é descarregada a biomassa (ou minério) e feita ou não a lavagem;
- alimentador helicoidal responsável pela alimentação e compacação da biomassa no reator (esta compactação é dispensável no caso de ninérios);
- 3) reator objeto principal da presente invenção, onde se des 30 envolvem os processos de hidrólise de biomassa, digestão mineral ou qual quer outro processo químico ou termoquímico de quaisquer materiais;



- 4) trocador de calor encarregado de três funções, a saber: a) recuperação do calor na descarga do pré-hidrolisado, b) preaquecimento da solução ácida, e c) preaquecimento da água da caldeira geradora de vapor;
- 5) tanque ou carreta de lavagem onde a celulignina (ou minério) é lavada até a limpeza desejada, sendo a pré-lavagem recuperada como pré-hidrolisado e as demais lavagens neutralizadas e tratadas em lagoa de estabilização antes da descarga em veios d'água ou uso em fertilização, etc.:

15

20

25

30

- 6) tanque de pré-hidrolisado estacionário ou instalados em car-10 retas - armazenamento do primeiro produto;
 - 7) secador da celulignina ou mineral secagem do segundo produto;
 - 8) moinho de celulignina ou mineral moagem do segundo produto;
 - 9) silo estacionário ou instalado em carretas armazenamento do segundo produto.

A invenção define uma nova tecnologia de fabricação de reatores químicos para processos em meios altamente corrosivos. A figura 2 ilustra detalhadamente um reator construído com a tecnologia da presente invenção e, além disso, mostra para facilidade de entendimento praticamente todos os componentes de um reator comum.

As condições de corrosão interna do reator para os diferentes materiais, temperatura e teores ácidos são dados pela Tabela 3, de onde se tiram as seguintes conclusões: 1ª) Devido a sua alta taxa de corrosão o aço inoxidável só pode ser utilizado em altas temperaturas por um curtíssimo período de tempo; 2ª) É possível utilizar o Ti grau comercial para as condições de pré-hidrólise de biomassa (T=150°C, 1,5% H₂SO₄, 0,62 MPa) tendo em vista ser um material reativo e apassivar-se com o açúcar gerado pela própria pré-hidrólise; 3°) Para as condições de hidrólise total de biomassa (T=190°C, 1,5% H₂SO₄, 2,8 MPa) é necessário usar ligas de NbTi (ex.: Nb44%Ti) com ponto de fusão T=1830°C permitindo soldagem mais fácil que o Nb puro que tem um ponto de fusão T=2500°C; 4°) Para as condições



de digestão mineral (T=150°C, 60% H₂SO₄, P=0,6 MPa) é necessário utilizar a liga Nb40%Ta cuja taxa de corrosão é da ordem de 100 mm/ano. Acima de 40%Ta as ligas encarecem devido à necessidade de se usar o minério tantalita em vez da columbita na produção da liga NbTa.

5 Tabela 3 - dados de corrosão para as condições de pré-hidrólise, hidrólise de biomassa e digestão mineral (mm/ano)

	Biomass	sa		Minério]
		Pré-	Hidrólise	Digestão	mineral	
		hidrólise				
T°C	100°C	150°C	190°C	143°C	197°C	Custo de
X% H₂SO₄	1%	1,5%	2%	60%	80%	Material
						US\$/kg
SS 316	3.550	¥	¥	¥	¥	8,00
Ti	2.500	19.000	¥	¥	¥	50,00
Hastelloy	25		250	> 5000	¥	40,00
Nb	0	4,5	< 25	574	31.761	50,00
Nb20%Ta			< 1	367	19.243	50,00
Nb40%Ta	- ;			67	4.093	50,00
Nb60%Ta				22	916	3200
Nb80%Ta				3,4	275	410,00
Та	0	< 1	< 1	0,1	111	500,00
Ti 1% H ₂ SO ₄		100		-		
7.2% Madeira						

Os detalhes da Figura 2 apresentam a metodologia de soldagem do revestimento de metal refratário in situ e justaposto a casca do reator de aço carbono sem que o primeiro seja fundido ou contamine o metal refratário. Anéis e chapas de proteção do mesmo metal do revestimento são colocadas nas soldagens das partes e pestanas. A soldagem é feita a plasma com proteção de gás inerte (hélio ou argônio) garantindo níveis de intersticiais (C, O, N, H) dentro das normas do material inicial. Quanto às características metalúrgicas há crescimento de grãos nas zonas soldadas diminuindo a resistência mecânica, principalmente a resistência à fadiga. Esta

diminuição é aceitável tendo em vista que o revestimento trabalha em regime de compressão, havendo aumento da espessura do revestimento em regiões sob regime de tração. A construção do reator em estrutura bipartida com leve conicidade nas partes cilíndricas permite que grande parte das soldagens sejam feitas externamente a casca de aço carbono e apenas as junções de grandes partes e pestanas sejam soldadas *in situ*. É também possível a recuperação de significativas partes do revestimento caso seja necessário sua substituição devido à facilidade de desmontagem recuperando-se, portanto, parte de seu custo como sucata de alto valor. Os metais especiais permitem o uso de outros ácidos além do H₂SO₄ (HCI, HNO₃, etc.) desde que o pH eficaz seja similar aos níveis das soluções da Tabela 3.

Outra característica da presente invenção é o uso de anéis de elastômero (voton, silicone, teflon e outros) de secção circular ou trapezoidal em todas as tampas, conexões e vedações a vácuo no revestimento. O dimensionamento dos anéis de vedação seguem padrões de vedações sob pressão e de vedações de vácuo. O tipo de anel é escolhido em função da temperatura. Quando são processados minerais ou biomassas geralmente a temperatura fica em torno de 200°C e o anel escolhido é feito de viton, já para médias temperaturas o anel deve ser o de teflon/fibra de vidro/fibra de carbono, nas altas o mais recomendado é o metálico.

Além de biomassa e minérios é possível processar qualquer tipo de materiais no "reator tipo falha segura" (polimerizações, alimentos, medicamentos, síntese de produtos, etc.) desde que sejam respeitadas as condições de corrosão do revestimento. Em condições altamente agressivas usase o Ta puro ou dopado com platina, materiais insuperáveis por qualquer outro material comercial. Para condições menos agressivas, a técnica "falha segura" permite a utilização de revestimentos menos nobres mencionados na Tabela 2 (inoxidáveis, ligas de níquel, termoplásticos, elastômeros, plásticos termocurados reforçados, etc.) desde que as condições de temperatura, pressão, corrosão, abrasão e resistência mecânica do material sejam respeitadas.

As condições externas de corrosão do aço carbono são mais agressivas no momento da descarga dos produtos (celulignina, minérios, etc.). Vapores foram condensados no momento da descarga, medidos seu pH e ensaiados vários aços pintados com tinta epóxi.betuminoso.

A Tabela 4 dá a comparação dos custos/m² dos reatores revestidos com Ti, Nb e monolíticos de aços inoxidáveis e hastelloy. Além da superioridade técnica possuem custos menores que os reatores monolíticos.

Tabela 4 – custo dos materiais utilizados na construção do reator/m²

5

15

7:			· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·		
Tipo de re-	Material	Peso	Preço/kg	Preço total	Preço final
vestimento		total			R\$/m²
Titânio	Chapa de	91 kg	R\$ 1,00	R\$ 91,00	R\$ 379,00
	aço 12 mm				,
	Chapa de Ti	9 kg	R\$ 32,00	- R\$ 288;00	
	2 mm				
Nióbio	⁻ Chapa∝de	91 kg	R\$ 1,00	R\$ 91,00	R\$
	aço 12 mm				1.211,00
	Chaparde	~16 kg	'R\$ 70,00	R\$ 1.120,00	
	Nb 2 mm				
Aço inoxidá-	Chapa de	91 kg	R\$ 16,00	R\$ 1.456,00	R\$
vel	12 mm				1.456,00
Hastelloy	Chapa de	91 kg	R\$ 32,00	R\$ 2.912,00	R\$
	12 mm				2.912,00

As características principais da presente invenção são demonstradas na figura 2 e a Tabela 5 dá a legenda das partes e peças que compõem o reator e o alimentador.

O corpo do reator é composto da parte cilíndrica 1.1, calota 1.2, bocal de entrada 1.3, tampa de entrada 1.4, setor cônico 1.5, anel deslizante circular ou radial com cunhas ou pinos 1.6, tampas de descarga com apoio das cunhas 1.7, conexões de válvulas, medidores, acessórios, etc. 1.8, dobradiça 1.9, articulação e cilindro hidráulico de fechamento da tampa

1.10, cilindro hidráulico de fechamento e abertura das cunhas 1.11. A bipartição do reator está ilustrada no detalhe A, permitindo que a montagem e desmontagem do revestimento de metal especial seja feito sem soldagem ou desoldagem da casca de aço do reator. Para reatores pequenos, a tampa é deslocada para a bipartição, sendo eliminado o setor cônico (para reatores muito pequenos, a casca e o revestimento podem ser justapostos apenas por encaixe sem a necessidade de solda). O corpo cilíndrico é levemente cônico para facilitar a montagem e desmontagem do revestimento. Este é soldado em grande parte antes da montagem, restando para serem soldadas dentro da casca do reator as partes ilustradas nos detalhes de A a F. Esta tecnologia é fundamental para viabilizar a soldagem nas proximidades do corpo de aço do reator (ponto de fusão de 1760°C) dos metais especiais de alto ponto de fusão (1800°C a 3100°C), evitando sua contaminação com Fe. A abertura e fechamento da tampa é feita através de dois sistemas hidráulicos, onde o primeiro comanda as cunhas de suporte da pressão interna do reator mantendo a pressão de confinamento do anel de vedação (o'ring) de viton das soluções ácidas. Este anel de vedação suporta por meses ou anos a abertura e fechamento repetitivo durante as operações.

5

10

15

20

25

30

O sistema de basculamento é composto de estrutura 1.12, pivô 1.13 e cilindro hidráulico 1.14. O último é utilizado para bascular e chacoalhar o reator durante a operação de descarga da celulignina tendo em vista ser um material sólido. O sistema de movimentação horizontal é composto de carrinho 1.15 e cilindro hidráulico 1.16. Alternativamente pose-se fixar o reator e movimentar horizontalmente o alimentador. A estrutura fixa 1.17 suporta o reator e o alimentador, através da mesma o reator pode ser descarregado da carreta para os pilares suportes (ver Figura 2.d). O sistema giratório de oscilação é composto de corrente 1.18 e um motor hidráulico 1.19 comandado por micro-interruptores 1.20 que revertem a rotação em ângulos pré-determinados. A segurança do sistema giratório de oscilação é dada pelo comprimento da corrente que escapa da engrenagem do motor hidráulico se os micro-interruptores falharem.

O revestimento em metais especiais 2.1 e 2.2 é feito de acordo com os detalhes A a F. Os principais esforços sobre o revestimento são no bocal de entrada no momento do carregamento do reator e no corpo cilíndrico devido ao movimento do sistema giratório de oscilação. As tensões são baixas e o tempo de vida do revestimento superior a dez anos é determinado pela ruptura à fadiga. As vedações são feitas com anel de elastômero na tampa de descarga 2.3, na bipartição 2.4, entre o revestimento e a casca do reator 2.5. A proteção da fusão do aço e contaminação da solda de metal refratário com Fe é feita com anéis de sacrifício de metal refratário 2.6.

5

10

15

20

25

30

As conexões e válvulas do reator são para entrada de água e solução ácida 3.1, entrada de vapor 3.2, saída de vapor 3.3, vácuo no corpo do reator 3.4.1, no setor cônico 3.4.2, na tampa 3.4.3, descarga do hidrolisado 3.5, válvula de coleta de pré-hidrolisado para análise 3.6. A entrada de vapores é na parte inferior e é distribuída por um tubo perfurado. A entrada de líquido (água ou solução ácida) é na parte superior. Obviamente as entradas de líquido e vapores não apresentam qualquer problema de entupimentos. A saída de vapor é na parte superior através de um cano perfurado e a descarga de hidrolisado está situada na parte inferior no setor cônico, o qual é protegido por placa perfurada interna ao reator para evitar entupimentos. É providenciado retorno de vapor esporádico na placa e tubo perfurado para desentupimento da saída de vapor através de uma válvula by pass entre entrada e saída de vapores após o tubo flexível de entrada de vapor 3.7 e 3.8. Alternativamente podem ser usados raspador rotativo das placas perfuradas. As conexões e válvulas são ligadas aos suportes de entradas dos tubos flexíveis de rotação 4 através de canos rígidos.

Os tubos flexíveis de rotação 5 são constituídos de várias unidades: entrada de água e solução ácida 5.1, entrada de vapor 5.2, saída de vapor 5.3, vácuo 5.4 e outras. A rotação máxima permitida é de a = ± 45°C a fim de que não haja escoamento de líquidos pela saída de vapor. O nível da solução ácida é mantido abaixo da linha d'água (Figura 2.d) para que não haja escoamento de líquidos. Na hipótese da válvula de saída de vapor vier

abaixo da linha de líquidos recorre-se a comandos elétricos da válvula de saída de vapor 3.3 para seu fechamento sempre que ultrapassar a linha de líquidos. Em geral estes comandos elétricos são desnecessários porque o giro oscilante de 45º é suficiente para molhar toda a biomassa, homogeneizar a massa líquida e sólida e evitar caminhos preferenciais na préhidrólise. Os suportes das saídas dos tubos flexíveis de rotação 6 são colocados na parte superior do reator.

5

10

15

20

25

30

As canalizações intermediárias 7 são constituídas dos mesmos componentes dos flexíveis de rotação 7.1 a 7.4 e interligam as saídas dos tubos flexíveis de rotação com as entradas dos tubos flexíveis de basculamento.

Os tubos flexíveis de basculamento 8 são constituídos dos mesmos componentes das canalizações intermediárias 8.1 a 8.4 e destinam-se a permitir o basculamento do reator com sua estrutura suporte para descarga da celulignina. A saída dos tubos flexíveis de basculamento são conectadas nas canalizações fixas 9.1 a 9.4. Estas conectam os tubos flexíveis de basculamento ao conjunto de tubulações de válvulas 9.5 instalado no painel de controle situado embaixo do alimentador 16.

Os sensores de vácuo 10 são constituídos de quatro unidades: corpo do reator 10.1, setor cônico 10.2, tampa do reator 10.3 e na canalização da bomba de vácuo 10.4. O fechamento das válvulas pertinentes e a observação da queda de vácuo permite uma primeira determinação de possíveis vazamentos no revestimento de metal especial.

O medidor de pressão 11 é do tipo diafragma para resistir aos meios ácidos e o medidor de temperatura 12 é protegido por um poço de proteção do mesmo metal do revestimento.

O sistema hidráulico 13 aciona as seguintes unidades na seguinte ordem: motor hidráulico do alimentador helicoidal 14.1, cilindro hidráulico de movimentação 1.16, cilindros hidráulicos da tampa de fechamento 1.10, motor hidráulico do sistema giratório oscilante 1.19, cilindro hidráulico de basculamento 1.14, cilindros hidráulicos de abertura das cunhas 1.11. Notar que não há simultaneidade de nenhuma operação, prevalecen-



do a maior potência que é a do motor hidráulico do alimentador helicoidal 14.1.

O alimentador é composto de motor hidráulico 14.1, semi-eixo da hélice 14.2, hélice do-alimentador 14.3, berço do alimentador 14.4, bocal cônico do alimentador 14.5 e coifa 14.6. O alimentador deve encher o reator num período da ordem de 10 minutos. É construído em aço carbono microligado protegido com tinta epóxi betuminoso. O espaço abaixo do alimentador é ocupado pelo painel de controle 16 (líquidos, vapores, medidores, sistema elétrico, etc.), sistema hidráulico 13, bomba de vácuo 15, detector de vazamentos 17, ferramentas e dispositivos de trabalho, etc.

A estrutura fixa do reator e alimentador acomoda-se numa carreta padrão com plataforma situada a 960 mm do solo 18, altura máxima do equipamento inferior a 4.400 mm e dentro dos padrões rodoviários. O equipamento é transportado para os pátios de biomassa onde é levantado com macacos hidráulicos e apoiados em vigas e pilares na altura desejada de processamento (Figura 2.e). Alternativamente pode ser operado na própria carreta de transporte.

Os equipamentos complementares do reator é composto de: trocador de calor 19, bomba de recalque de água 20.1 e recalque de solução ácida 20.2, deionizador de água 21, caldeira 22 e estrutura suporte 23. Esta última é transportada em carretas padrões 18, levantadas e apoiadas de modo similar ao anterior.

Tabela 5 – Legenda das Partes e Peças do Reator e Alimen-

25	A – 1ª	A – 1ª Estrutura (1ª carreta)	
	1 – Casca e Estrutura do Re		
	1.1	 Corpo Cilíndrico 	
	1.2	– Calota	
	1.3	 Bocal de Entrada 	
30	1.4	 Tampa de Entrada 	
	1.4.1	- Tampa	
	1.4.2	- Cilindros Hidráulicos	

5

10

15

20

tador

ı

		1.5	– Setor Cônico
		1.6	Anel Deslizante com Cunhas
		1.7	 Tampa de Descarga com Apoios das Cunhas
		1.8	- Conexões
5		1.9	- Dobradiça
		1.10	 Articulação e Cilindro Hidráulico de Abertura da Tam-
	ра		
		1.11	- Cilindro Hidráulico de Fechamento/Abertura das Cu-
	nhas		
10		1.12	- Estrutura Basculante
		1.13	- Pivot de Basculamento
		1.14	 Cilindro Hidráulico de Basculamento
		1.15	 Carrinho de Movimentação
		1.16	 Cilindro Hidráulico de Movimentação Horizontal
15		1.17	 Estrutura Fixa do Reator e Alimentador
		1.18	 Corrente do Sistema Giratório Oscilante
		1.19	 Motor Hidráulico do Sistema Giratório Oscilante
		1.20	- Micro interruptores
		2-Rev	estimento em Metais e Ligas Especiais
20		2.1	 Corpo do Reator
		2.2	- Pestanas
		2.3	 Anel de Vedação da Tampa de Descarga (O'Ring)
		2.4	 Anel de Vedação da Bipartição (O'Ring)
		2.5	- Anel de Vedação do Vácuo entre Casca e Revesti-
25	mento.		
		2.6	- Anel de Proteção de Ti contra Contaminação de Fe na
	Solda de Ti	i.	
		3 – Con	exões e Válvulas de Água, Solução Ácida, Vapor, Vácuo
	e Pré-hidro	lisado	
30		3.1	 Entrada da Água e Solução Ácida
		3.2	– Entrada de Vapor
		3.3	- Saida de Vapor



		3.4	– Vácuo
		3.4.1	 Vácuo no Corpo do Reator
á"		3.4.2	 Vácuo no Setor Cônico
		3.4.3	⊸Vácuo₋na₊tampa do⊧Reator
5		3.4.4	– Vácuo na Bomba.de Vácuo
	•	3.5	 Descarga do Pré-hidrolisado
		3.6	 Válvula de Coleta do Pré-hidrolisado para Análise
		3.7	 Válvula de Retorno de Vapor na Placa Perfurada da
	Descarga	do Pré-l	nidrolisado.
10		3.8	- Válvula de Retorno de Vapor no Tubo Perfurado da
	Saída de \	Vapor	
		4 – Su	oorte de Entrada dos Tubos Flexíveis de Rotação
		5 – Tul	bos Flexíveis⊦de Rotação
		5.1	– Entrada₁de Água e Solução Ácida
15		5.2	– Entrada≱de Vapor
		5.3	– Saída de Vapor
		5.4	– Váçuo
		6-Sup	orte da Saída dos Tubos Elexíveis
		7 – Car	nalizações Intermediárias
20		7.1	– Entrada de Água e Solução Ácida
		7.2	– Entrada de Vapor
		7.3	– Saída de Vapor
		7.4	- Vácuo
		8 – Tub	os Flexíveis de Basculamento
25		8.1	 Entrada de Vapor e Solução Ácida
		8.2	- Entrada de Vapor
		8.3	– Saida de-Wapor
		8.4	– Vácuo
		9- Car	nalizações e Válvulas de Água, Solução Ácida, Vapor e
30	Vácuo		
	:	9.1	 Entrada de Água e Solução Ácida
		9.2	- Entrada de Vapor

		9.3	- Saída de Vapor
		9.4	
4		9.5	
		10	Conjunto de Tubulações de VálvulasSensores
5		10.1	
J		10.1	- No Corpo do Reator
		10.2	
		10.3	The Campa do Modio
		10.4	
10			- Medidor de Pressão
10		12	
		13	- Sistemas Hidráulicos
		14	- Alimentador
		14.1	meter i maradinoo
45			- Semi-Eixo da Hélice
15		14.3	
		14.4	· · · · · · · · · · · · · · · · · ·
		14.5	The second of th
		14.6	- Coifa
		15	 Bomba de Vácuo
20		16	- Painel de Controle (Líquidos, Vapores, Medidores,
	Sistemas E	Elétricos	, etc.)
		17	- Detetor de Vazamento
		18	- Carreta - Cap. 30 t
		B – 2 ^a	Estrutura (2ª carreta – figuras não-incluídas)
25		19	- Trocador de Calor
		20	- Bomba de Recalque de Água (20,1) e Solução Ácida
	(20,2)		
		21	- Deionizador de Água
		22	- Caldeira
30		23	 Estrutura Suporte dos Itens 19 a 22



Processo de Pré-hidrólise de Biomassa e Produtos Resultantes

5

10

15

20

25

A pré-hidrólise pode ser realizada em qualquer tipo de biomassa, tais como madeira, bagaço e palha de cana, resíduos vegetais, cascas, capim, parte orgânica do lixo, etc. O processo de pré-hidrólise segue as seguintes etapas:

- 1- A biomassa na forma picada é descarregada na plataforma de alimentação que pode ser constituída de uma esteira ou transportador helicoidal inclinado onde a mesma é lavada para diminuir o teor de inorgânicos (terra, cinzas, etc.).
- 2- A plataforma de alimentação descarrega a biomassa no alimentador helicoidal que faz o enchimento do reator até o início de compactação alcançando a densidade da ordem de 300 kg/m³ (matéria seca) que é três vezes a densidade das biomassas fofas (bagaço, palhas, capim, resíduos vegetais, cascas, parte orgânica do lixo, etc.). O alimentador fica acoplado ao reator durante a operação de enchimento, que dura cerca de 10 minutos. Após o enchimento, o reator é desacoplado do alimentador através de um movimento horizontal da estrutura móvel em relação à estrutura fixa. Após o desacoplamento, o bocal de entrada é fechado por uma válvula comandada por cilindros hidráulicos.
- 3 Após o enchimento do reator inicia-se a operação de degaseificação através da passagem de vapor, inundação do reator com solução ácida (da ordem de 1,7% da biomassa) preaquecida a 80°C no trocador de calor e na relação líquido/sólido L/S = 2, aquecimento e pressurização até 160°C, 0,62 MPa. Esta atividade tem uma duração da ordem de 10 minutos e o calor do vapor de escape é recuperado no trocador de calor pela solução ácida da reação seguinte. Para efetivação desta recuperação de calor, geralmente dimensiona-se o trocador de calor com o dobro do volume de solução ácida necessária para cada reação.
- 4 Após aquecimento e pressurização executa-se a pré-30 hidrólise por um período da ordem de 30 minutos simultaneamente com a oscilação rotatória do reator e purga de vapor para manter a temperatura próxima de 160°C ± 10°C fundamental para a obtenção da característica de



combustão catalítica da celulignina, tendo em vista que temperaturas menores não hidrolisam completamente a hemicelulose e celulose amorfa e temperaturas maiores provocam a transformação da celulose de cristalina em amorfa dificultando assim sua moagem em partículas finas (f < 250mm). Deve ser observado a importância das conexões flexíveis para a manutenção da temperatura durante todo o período de hidrólise e a oscilação do reator para renovação da camada limite do líquido saturado com açúcar na superfície do cavaco ou partícula de biomassa, otimizando o período de hidrólise em torno de 20 a 30 minutos. O controle da pré-hidrólise é feito acompanhando o teor de açúcar no pré-hidrolisado através de refratômetro ou qualquer outro aparelho medidor de açúcar até o valor da ordem de 9 Bricks. Maiores períodos de pré-hidrólise resultam em queda do teor de açúcar devido a decomposição da xilose em furfural e álcool furfurílico. O controle completo da temperatura, pressão, teor ácido, oscilação (homogeneização) e pureza de vapor permite otimização completa do processo de pré-hidrólise.

5

10

15

20

25

- 5 Após a pré-hidrólise inicia-se a operação de descarga do pré-hidrolisado (solução de açúcares) que é dirigida ao tanque estacionário ou carreta tanque através do trocador de calor, desse modo recupera-se sua energia no pré-aquecimento da solução ácida e na água da caldeira. A recuperação do calor do pré-hidrolisado do vapor de escape (aquecimento e purga) e o uso de baixa relação líquido/sólido (L/S=2) permite reduzir o consumo de energia da presente invenção a valores inferiores a 6% da energia contida na biomassa original. Estes valores são significativamente abaixo de quaisquer outros processamentos de biomassa que, na maioria das vezes, são da ordem de 30% (relação L/S=12). A operação de descarga do hidrolisado tem uma duração de cerca de 10 minutos.
- 6 Após a descarga do pré-hidrolisado procede-se a lavagem de recuperação do açúcar na proporção L/S = 1 visando um Brick ³ 5. Esta segunda fração do pré-hidrolisado pode ser ou não misturada na primeira fração (Brick ³ 9). Em geral a 1ª fração deve ser destinada a produção de furfural (maior concentração de açúcar possível) e a 2ª tração a produção

de álcool (por exemplo através de fermentação com echerichia coli engenheirada). Notar que a segunda fração contém (5x1S)/(9x1,5S+5x1S) = 0,27 = 27% do açúcar contido nas duas frações e não pode ser perdida. Notar também que as duas frações totalizam (0,09x1,5S+0,05x1S)/0,2S = 0,925 S = 92,5% do açúcar contido na hemicelulose e celulose amorfa. Devido a esta alta taxa de recuperação não há necessidade de complexos e custosos aproveitamento dos açúcares das águas de lavagem que é descartada. A presente invenção dispensa o uso de custosas prensas parafusos para extração do pré-hidrolisado e recuperação de açúcares. O período de recuperação de açúcar é da ordem de 10 minutos.

5

10

15

20

25

- 7 Após a recuperação de açúcar é procedida a descarga da celulignina com abertura da tampa de grandes dimensões e basculamento do reator. A celulignina pode ser descarregada em llavadores mecânicos (tanques:cônicos, cilíndricos, rotativos, etc.) ou em carretas a serem lavadas por percolação (difusão). A descarga é feita em poucos minutos e, juntamente com a limpeza dos anéis de vedação e recolocação do reator em posição de recarregamento, consome-se menos de 10 minutos. O ciclo completo dura cerca de 80 minutos permitindo 16 reações por dia com coeficiente de utilização da máquina de 90%.
- 8 As operações de lavagem podem ser feitas em qualquer tipo de lavador. Preferência é dada para lavagem por percolação (difusão) em carretas ou *big-bag* que apresentam um menor consumo de água, mantém a celulignina em condições protegidas de impurificações e permite o fácil descarregamento em carretas graneleiras. As águas de lavagem preenchem as exigências da Resolução CONAMA nº 20 de 18/06/1986 (publicada no D.O.U. de 30/7/86) e em princípio poderiam ser descartadas em qualquer veio d'água. Visando dar à invenção características totalmente ecológicas, as águas de lavagem são neutralizadas com leite de cal e biologicamente tratadas em lagoas de estabilização.
- 9 Existem duas opções de lavagem na presente invenção com água normal e água deionizada. Com a primeira água obtém-se a celulignina normal com teores de cinzas normais decorrentes dos inorgânicos pre-

sente nas biomassas e impurezas do meio ambiente (principalmente terra). A lavagem com água deionizada visa obter a celulignina limpa a ser utilizada como combustível de turbinas a gás, cuja maior exigência é o baixo teor de K + Na £ 5 ppm. O processo de pré-hidrólise é um processo altamente eficiente de redução de cinzas das biomassas, onde os inorgânicos reagem com o H₂SO₄ resultando sulfatos solúveis que são lixiviados da celulignina na pré-hidrólise e nos processos de lavagem. A utilização de água deionizada aumenta significativamente a eficiência de lavagem, permitindo a redução do teor de Na + K aos níveis exigidos em turbina a gás. A utilização da água deionizada nesta invenção é viável e de baixo custo, tendo em vista a baixa relação L/S=2. Nos processos convencionais com alto consumo de água (L/S=12) jamais se considerou a utilização de água deionizada e conseqüentemente a utilização da celulignina como combustível de turbina a gás.

O processo de pré-hidrólise de biomassa executado pelo reator Tipo Falha Segura, gera dois produtos (duas *commodities*): celulignina e pré-hidrolisado.

CELULIGNINA

5

10

15

20

25

Quanto à celulignina, deve ser observado que a madeira é composta de hemicelulose, celulose e lignina disposta em microfibrilas. O objetivo da pré-hidrólise executada no Reator Tipo Falha Segura é digerir a hemicelulose e celulose amorfa, deixando a celulose intacta na sua forma cristalina e a lignina na forma globulizada. Todas estas características foram alcançadas e mostradas na microfotografia da Figura 3. Nesta microfotografia está mostrado o fractal das fibras de celulose cristalina com a celulignina globulizada, onde os vazios eram ocupados pela hemicelulose e celulose amorfa antes da pré-hidrólise.

Este resultado possui as seguintes características:

 a) Devido ao completo controle dos parâmetros de processos do
 30 reator Tipo Falha Segura, as características são uniformes em toda massa do reator permitindo a produção de uma "commodities homogênea". b) Devido à manutenção da cristalinidade é possível moer a celulignina em partículas abaixo de 250 mm em moinhos de martelos, de pinos ou similares com consumo de energia de 12 kWh/t que aplicado à fórmula de Bond: W=10 Wi/=10Wi/onde W = trabalho em kWh/t, Wi = índice de trabalho do material, P = tamanho da malha por que passa 80% do produto (em microns), F = tamanho da malha por que passa 80% do material de alimentação (em mícrons) resulta em Wi = 15, que é da mesma ordem da maioria dos materiais minerais (isto é, cristalinos). O custo da energia de moagem é inferior a US\$ 1.00/t.

5

20

25

30

- c) Devido à alta porosidade, a celulignina sofre deságüe por gravidade natural a teores de 50% de umidade, dispensado custosas prensas parafusos para esta etapa de processamento. A secagem final é feita em secadores rotativos alcançando umidade inferior a 12% com o mesmo consumo de energia da secagem de cereais (750 MJ/t) ilustrado pelos exemplos abaixo:
 - c.1) Secagem de:celulignina: Consumo de 0,4 kg/h de GLP (42 MJ/kg de poder calorífico) durante 10 horas para secar 224 kg de celulignina (0,4x10x42)/0,224=750MJ/t celulignina.
 - c.2) Secagem de arroz: consumo de 1/3 estéreo de madeira (396 kg/estéreo, 10,5 MJ/kg de poder calorífico) para secar 30 sacos de arroz por dia, 60 kg/saco) (0,33x396x10,5)/1,8@760 MJ/t arroz.

O custo de secagem utilizando combustíveis nobres (madeira – US\$ 10.00/estereo – US\$ 1.80/t de celulignina ou GLP – US\$ 0.50/kg – US\$ 9.00/t de celulignina) é sempre muito caro, devendo ser utilizado calor residual a 125°C das caldeiras. Como conseqüência a secagem e a moagem devem ser sempre feitas anexas à usina termoelétrica ou caldeira utilizando calor residual.

d) Devido à globulização da lignina, abrem-se vazios para o ataque da celulose por microorganismos dos animais ruminantes, podendo a celulignina ser usada como componente volumoso de ração animal com a digestibilidade de 58% comparável a volumosos de alta qualidade (silagem de milho úmida – 61%, silagem de alfafa – 56%, forragem de grama – 56%,

palha de aveia – 44%) e muito superior à digestibilidade de capins naturais (35%).

5

10

15

20

25

30

e) A maior aplicação da celulignina é como combustível de caldeira, turbina a gás e geração de energia por magnetohidrodinânica (MHD). A Tabela 6 dá um exemplo de aplicação da celulignina como combustível de caldeira comparada com o óleo combustível. O menor poder calorífico da celulignina (20 MJ/kg) comparado com o do óleo combustível (41 MJ/kg) é compensado pelo seu custo (US\$ 40.00/t) ser um terço inferior ao do óleo (US\$ 120.00/t). Embora seja necessário o dobro de celulignina, é possível a substituição pura e simples do óleo combustível em qualquer tipo de caldeira tendo em vista ser um combustível oxigenado (29% de O2) e exigir uma insuflação de ar com volumes próximos ao do óleo combustível. Isto significa que qualquer caldeira a óleo ou gás é apta a queimar celulignina gerando a mesma potência térmica com ajustes da ordem de 15% dos queimadores e insufladores de ar. A celulignina produzida com água deionizada preenche os requisitos de combustível limpo para queima em turbina a gás com teores de Na+K < 5 ppm. Embora a celulignina limpa contenha valores < 15 ppm, estes valores são reduzidos pelo ciclone de limpeza. Para partículas inferiores a 200 mm sua queima é do tipo catalítico como mostrado na Figura 4. Esta característica decorre de dois fatores, sendo o primeiro devido à grande superfície exposta (2 m²/g medidos por BET - Brunaur, Emmett e Tellen ou número de lodo 100) comparado com a superfície da biomassa natural (0,4 m²/g), e o segundo devido a sua moagem a partículas finas (f < 250 mm) possibilitando a entrada do oxigênio carburante e saída do monóxido nos poros da celulignina sem colisão entre as moléculas originando a combustão catalítica (tamanho da partícula de celulignina < caminho livre médio do carburante e gases da combustão). Ao que tudo indica, a celulignina é o único combustível sólido catalítico possível de ser produzido em larga escala, sendo seu período de combustão (< 20 milissegundos) da mesma ordem que o do gás natural. Turbinas a gás exigem também teores de particulados totais < 200 ppm e particulados maiores que 5 mm < 8 ppm. Estas características são alcançadas através de três técnicas: combustão completa devido à característica catalítica da celulignina, ciclone instalado entre o combustor externo e a turbina a gás e separador magnético após a moagem da celulignina para retirar as contaminações magnéticas advindas dos moinhos. Semeseparadores magnéticos chega-se aevalores < 50 ppm de particulados totais e com separação magnética atende-se o requisito de 8 ppm < 5 mm. Devido à combustão catalítica, a celulignina é um excelente combustível para MHD alcançando alta condutividade elétrica no plasma de combustão a alta temperatura de 2727°C (3.000 K). A Figura 5 mostra a condutividade elétrica da ordem de 70 S/m comparada com os valores de 15 S/m para carvão mineral purificado, 12 S/m para óleo derivado de petróleo e 8 S/m para o gás natural. Deve ser observado que a madeira tem um teor de carbono de 48% e de hidrogênio de 6% dando uma relação C/H = 8. A préhidrólise eleva o teor de carbono na celulignina para 66% e baixa o teor de H para 4;3% dobrando a relação C/H = 15.

. 5

10

15 Tabela 6 – comparação de queima do óleo e celulignina numa caldeira convencional

Dados de Projeto						
Pressão de projeto	7.4 Mpa					
Vazão de vapor contínua máx	67.000 kg/h					
Pressão de vapor máxima – (6,5 Mpa					
Temperatura do vapor	485°C					
Temperatura da água de alim	180°C					
Sistema de exaustão	Balanceado					
Dados dos Combustíveis						
Composição (% em peso)	Óleo	Celulignina				
	(APF-AI)		;			
		Normal (a)	Limpa (b)			
Carbono	87,04	66,20	66,30			
Hidrogênio	11,12	4,30	4,30			
Enxofre	0,04	0,10	< 0,01			
Nitrogênio	0,30					



Tabela 6 - continuação

Dados dos Combustíveis								
Composição (% em peso)	Óleo (APF-AI)	Celulignina						
		Norm	Limpa ^(b)					
		al ^(a)						
Oxigênio	1,50	29,30	29,40					
Cinzas		0.10	< 15 (Na+K) (c)					
Poder calorifico superior	43,7	20,7	20,7					
Poger calorifico inferior	41,2	19,8	19,8					

(a) Produzido com água não deionizada; (b) Produzida com água deionizada; (d) Valores em ppm.

Óleo	Celulignina (d)
	60.300
10	
6,5	6,5
485	485
180	180
180	200
25	25
4.687	8.770
	186 ^(e)
73.80	84.710
0	
84.04	100.000
0	
20	13/30 ^(/)
90,7	86,5
	485 180 180 25 4.687 73.80 0 84.04 0 20

(d) Normal; (e) Gás natural ou óleo diesel; (f) 13% para celulignina, 30% para o suporte.

Tabela 7 – impurezas inorgânicas principais do eucalipto e préhidrolisado

mg/g	Ca	K	Na	Mg	Р	Al	Si	Mn	Fe	Zn	S
Eucalipto	700	250		150	100	50	30	10	8	3	70
Celulignina limpa	1	15		80	2	40	100	2	8		80
Pré- hidrolisado	280	420	80	160	90	15	30	25	40	5,0	2500

Este resultado é altamente significativo tendo em vista que a Figura 5 mostra que a condutividade elétrica é muito baixa para baixos valores de C/H e cresce significativamente até C/H=15 saturando daí para a frente. Durante a combustão, o hidrogênio forma a hidroxila OH que tem uma secção de choque de 400 Å para o elétron no plasma de combustão, diminuindo sua condutividade elétrica e deixando de influenciar seu valor para teores menores que 3% de H.

f) Além das aplicações como combustível e componente de volumoso para ração animal, há várias outras aplicações da celulignina nas seguintes áreas: pirólise para produção de óleos e carvão ativado, produção de negro de fumo (combustão incompleta), produção de metanol, resinados de celulignina (aglomerados, MDF – Medium Density Fiber), substrato para fermentação semi-sólida (fungos, bactérias e enzimas), etc.

PRÉ-HIDROLISADO

O pré-hidrolisado é uma solução de açúcares contendo xilose (80%), glicose, mamose, galactose, arabinose, acetílicos, ácidos urânicos, etc. Além dos açúcares, contém ácido sulfúrico adicionado no processo de pré-hidrólise e impurezas inorgânicas dada na Tabela 7. O alto controle de processo do Reator Tipo Falha Segura permite executar uma pré-hidrólise praticamente perfeita, permitindo a digestão de todos os produtos facilmente hidrolisáveis, ao mesmo tempo que evita a decomposição dos açúcares devido à baixa temperatura do processo (160°C). O teor de açúcares solúveis (Bricks) é acompanhado minuto a minuto, havendo a paralisação do proces-

5

10

15

20

so (início da descarga, despressurização, esfriamento) tão logo o Bricks passe por um máximo. A baixa relação L/S=2 permite alcançar teores de açúcares da ordem de 10 Bricks similares a outros caldos de açúcares (cana, milho, etc.). O pré-hidrolisado em geral possui pH = 1. A recuperação de açúcares (espécie de lavagem com L/S = 1) gera um pré-hidrolisado com Bricks da ordem de 5 e pH = 1,5, que pode ser misturado ao primeiro ou não para processamentos seguintes.

5

10

O pré-hidrolisado tem três aplicações principais: produção de furfural pela técnica de dois estágios (desidratação de pentosas), produção de etanol (bactéria echerichia coli engenheirada) e produção de xilitol (hidrogenação catalítica da D.xilose).

Deve ser percebido que o exemplo de reator descrito juntamente com os valores mencionados são apenas ilustrativos e que em nenhum momento visa limitar o escopo de proteção da invenção.



REIVINDICAÇÕES

1. Aparelho para pré-hidrólise de biomassa compreendendo: um revestimento externo (1),

um revestimento interno (2), o referido revestimento interno (2) revestindo o interior do revestimento externo (1);

5

10

20

25

sendo que entre o referido revestimento interno (2) e revestimento externo (1) existe um espaço, o referido aparelho caracterizado pelo fato de que no dito espaço entre o revestimento interno (2) e o revestimento externo (1) é produzido vácuo (3.4).

- 2. Aparelho de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de incluir um mecanismo de oscilação.
- 3. Aparelho de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo fato do mecanismo de oscilação permitir a oscilação do aparelho em torno do seu eixo disposto horizontalmente.
- 4. Aparelho de acordo com a reivindicação 3, caracterizado pelo mecanismo de oscilação permitir a oscilação de modo alternado em intervalos de tempos iguais.
 - 5. Aparelho de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato do vácuo produzido ser abaixo de 1mm de Hg.
 - 6. Aparelho de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de ser um reator.
 - 7. Aparelho de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 ou 6, caracterizado pelo fato do revestimento externo (1) e revestimento interno (2) serem feitos de materiais resistentes à corrosão.
 - 8. Aparelho de acordo com qualquer uma das reivindicações 1, 6 ou 7, caracterizado por seu revestimento externo (1) e revestimento interno (2) serem feitos de aço carbono microligado e material refratário, respectivamente.
- 9. Aparelho de acordo com qualquer uma das reivindicações 1,
 6, 7 ou 8, caracterizado pelo fato do revestimento externo (1) e do revestimento interno (2) serem montados por simples justaposição, isento de solda.

- 10. Aparelho de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 9, caracterizado por compreender dispositivos para detectar e monitorar o vácuo entre o revestimento externo (1) e o revestimento interno (2).
- 11. Aparelho de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelos dispositivos de detecção e monitoração detectarem microvazamentos de vácuo, de modo a permitir a detecção de microtrincas do revestimento interno (2).

5

10

15

20

25

- 12. Aparelho de acordo com qualquer uma das reivindicações 10 ou 11, caracterizado pela detecção de microtrincas ser feita de forma contínua
- 13. Aparelho de acordo com qualquer uma das reivindicações 10 a 12, caracterizado pelo fato do gás Hélio ser inserido no interior do reator para detecção de microtrincas do revestimento interno.
- 14. Aparelho de acordo com qualquer uma das reivindicações 7 a 10, caracterizado pelo fato de que os detectores de microvazamento estão acoplados na bomba de vácuo (15).
- 15. Processo de pré-hidrólise de biomassa compreendendo as seguintes etapas:

descarregamento da biomassa no alimentador helicoidal;

início no dispositivo de pré-hidrólise de biomassa da operação de pressurização que compreende as seguintes etapas:

- b.1) inundação do dispositivo de pré-hidrólise de biomassa com solução ácida pré-aquecida; b.2) aquecimento; e b.3) pressurização;
- c) o referido processo caracterizado pela pré-hidrólise ser executada simultaneamente com a oscilação rotatória do aparelho de préhidrólise de biomassa, purga do vapor e controle da temperatura, pressão, teor de ácido, tempo de pré-hidrólise e relação líquido/sólido;
- d) acompanhamento do teor de açúcar até um valor próximo de 10 Bricks através de um dispositivo medidor de açúcar;
- e) descarga do pré-hidrolisado no tanque através do trocador de calor;
 - f) lavagem de recuperação do açúcar; e

- g) descarga da celulignina em lavadores mecânicos ou carretas a serem lavadas por percolação.
- 16. Processo de acordo com a reivindicação 15, caracterizado pelo enchimento do dispositivo de pré-hidrólise de biomassa ser realizado com a compactação da biomassa no dispositivo de pré-hidrólise.

•

5

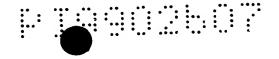
15

20

25

30

- 17. Processo de acordo com a reivindicação 15 ou 16, caracterizado pela purga do vapor do dispositivo de pré-hidrólise manter a temperatura em torno de 150 °C a 170 °C.
- 18. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações
 10 15, 16 ou 17, caracterizado pela purga do vapor do dispositivo de préhidrólise manter a temperatura preferencialmente em torno de 160°C.
 - 19. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 15 a 18, caracterizado pela pré-hidrólise ser efetuada durante cerca de 30 minutos simultaneamente com a oscilação e purga do vapor.
 - 20. Processo de acordo com a reivindicação 15, caracterizado pelo fato da alimentação de biomassa ser realizada na plataforma de alimentação constituída de um transportador helicoidal inclinado.
 - 21. Processo de acordo com a reivindicação 15, caracterizado pelo fato do enchimento do dispositivo de pré-hidrólise de biomassa ser feito pelo alimentador helicoidal até o início da compactação de modo a alcançar uma densidade em torno de 300kg/m³.
 - 22. Processo de acordo com a reivindicação 15, caracterizado pelo fato da inundação do dispositivo de pré-hidrólise de biomassa ser feita com solução ácida, que corresponde a 1,7% da biomassa, ser preaquecida até aproximadamente 80°C no trocador de calor e na relação líquido/sólido = 2 com aquecimento entre 150 °C a 170 °C, preferencialmente 160°C e pressurização de aproximadamente 0,62 MPa.
 - 23. Processo de acordo com a reivindicação 15, caracterizado pelo calor do vapor de escape na degaseificação ser recuperado no trocador de calor pela solução ácida da reação seguinte.



- 24. Processo de acordo com a reivindicação 15, caracterizado pelo uso de água filtrada no processo para produção de celulignina normal e água deionizada no processo para produção de celulignina limpa.
- 25. Processo de acordo com a reivindicação 15, caracterizado
 5 pelo fato de que as águas de lavagem preenchem as especificações de águas doces podendo ser descartadas em quaisquer veios d'água.



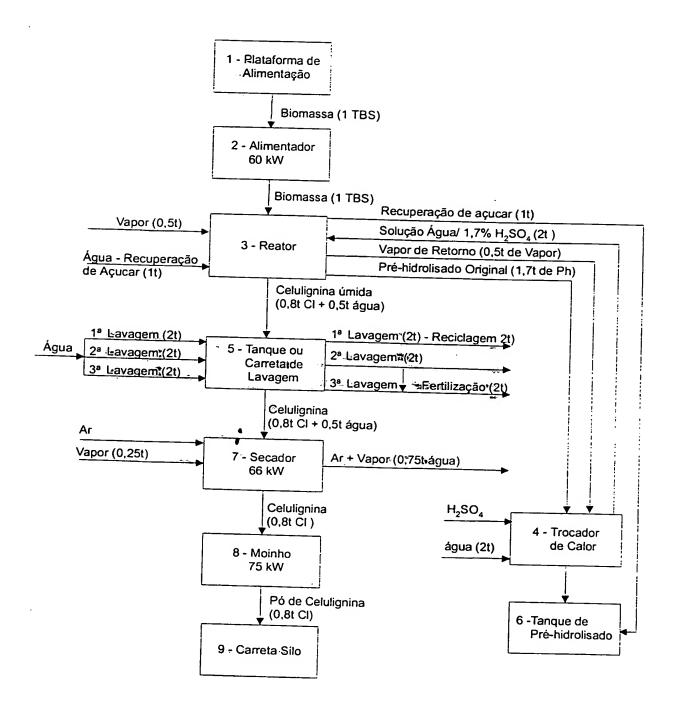


FIG. 1



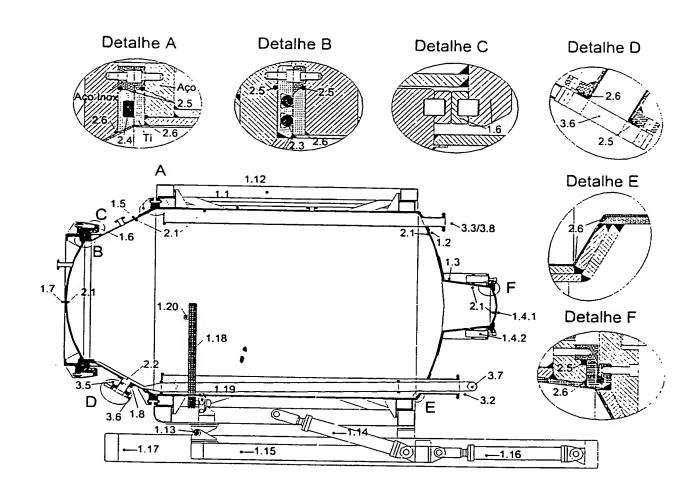


FIG. 2a



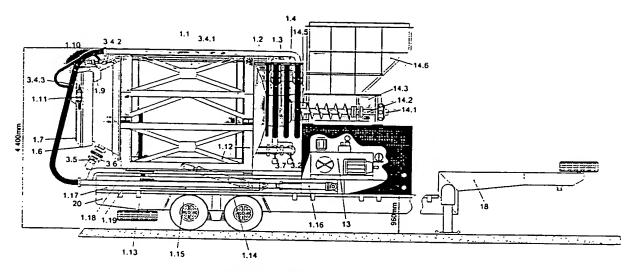


FIG. 2b

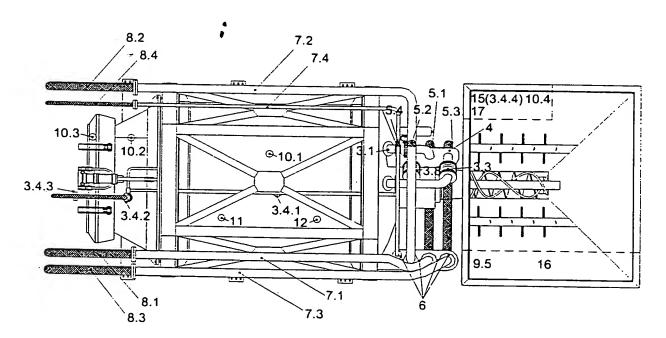


FIG. 2c



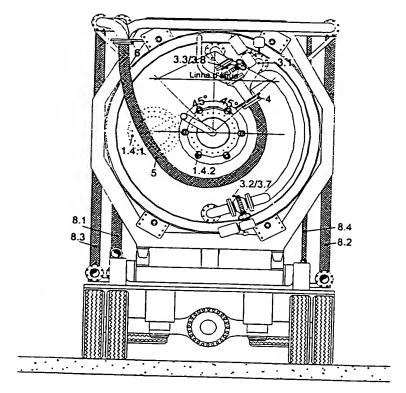


FIG. 2d

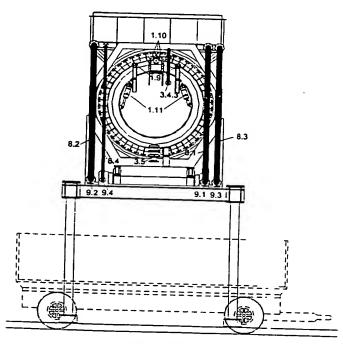


FIG. 2e



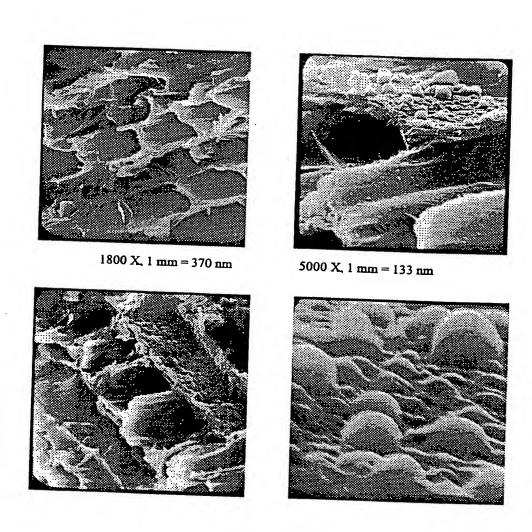
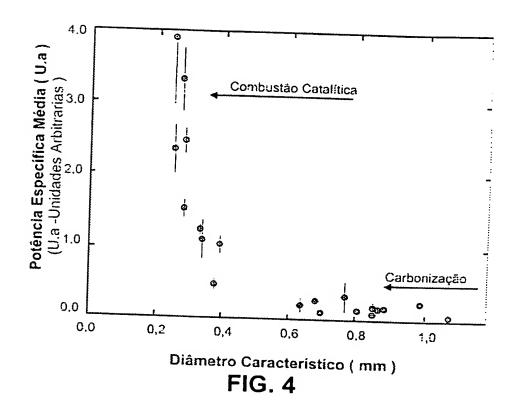
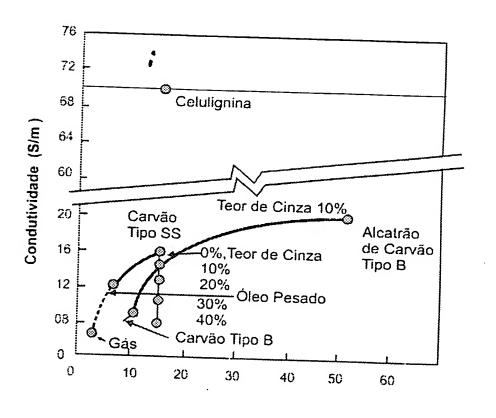


FIG. 3





Razão (C/H) FIG. 5

RESUMO

Patente de Invenção: "APARELHO E PROCESSO DE PRÉ-HIDRÓLISE DE BIOMASSA".

A presente invenção refere-se a um aparelho para o processo de pré-hidrólise de biomassa, particularmente um reator denominado do tipo Falha Segura, móvel ou não, e que pode ser fabricado em aço carbono microligado e revestido com materiais especiais (metais refratários, superligas, inoxidáveis, plásticos, etc.). A inserção de vácuo entre a casca do reator e seu revestimento evita sua implosão e permite a detecção de vazamentos com gás hélio. A resistência à corrosão dos metais refratários permite a execução de pré-hidrólise e de digestão mineral.

5

10

15

20

25

30

No processo da presente invenção a biomassa é compactada a 300 kg/m³ por um alimentador helicoidal, degaseificada, inundada, aquecida, agitada, pré-hidrolisada o açúcar é recuperada em uma primeira lavagem dentro do reator com valores superiores a 90%. A baixa relação líquido/sólido = 2 permite alcançar teores de açúcar de 10 Bricks no pré-hidrolisado e consumo de energia de 6% da energia contida na biomassa processada.

O pré-hidrolisado é constituído de soluções de xilose e outros e destina-se à produção de furfural, álcool e xilitol.

O controle de processo permite produzir uma celulignina com alta superfície específica, 2 m²/g (medidos por BET) comparado com o valor de 0,4 m²/g de biomassa não-hidrolisada, manter cristalinidade das fibras de celulose viabilizando sua moagem a partículas finas (f < 250 mm), globulizando a lignina expondo a celulose a ataques de microorganismos do rumem de animais ruminantes, fungos, bactérias ou enzimas em fermentação microbiológica ou enzimática. A combustão catalítica devido à grande superfície específica resulta em um novo combustível para caldeiras, combustores em geral e MHD quando produzida com água filtrada e para turbina a gás quando produzida com água deionizada.